

Об оценке пригодности методик калибровки средств измерений

Данилов А.А.

В соответствии с пунктом 55.6 в) критериев аккредитации [1] калибровочная лаборатория должна осуществлять «разработку или выбор методики калибровки».

Как отмечалось ранее [2], перечень методик калибровки, из которых может быть осуществлен «выбор», крайне невелик. Поэтому калибровочной лаборатории помимо «выбора», скорее всего, придется осуществлять разработку методик калибровки. Но это еще не все.

Следует помнить и о том, что в калибровочной лаборатории должны быть реализованы положения ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3], а именно:

«5.4.5.2 Разработанные или принятые лабораторией методики ... могут быть использованы, если они пригодны и оценены...».

Другими словами, перед применением методики калибровки, необходимо провести ее валидацию, а впоследствии периодически проводить ее верификацию.

Как рекомендовано в Руководстве Еврахим [4]: *«Лаборатория может внедрить методику, прошедшую валидацию, которая, например, опубликована в качестве стандарта, или же приобрести полную измерительную систему, предназначенную для конкретного применения, у коммерческого производителя. В обоих случаях основная работа по валидации уже выполнена, однако лаборатория должна подтвердить свою способность использовать данную методику. Это и есть верификация. Это означает, что для демонстрации корректной работы методики в лаборатории должна быть проделана определенная работа. Тем не менее, объем работы будет гораздо меньшим по сравнению с валидацией методики, разработанной внутри лаборатории».*

При этом следует определить, какие характеристики методики калибровки будут определяться при оценке ее пригодности, а также установить правила принятия решения. Из валидационных характеристик, рекомендованных пунктом 5.4.5.3 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3], при валидации и верификации методик калибровки целесообразно использовать неопределенность измерений и смещение [5]. Правила принятия решения будут рассмотрены в примерах, приведенных ниже.

Как же должна действовать калибровочная лаборатория, чтобы оценить пригодность методик калибровки (как разработанных, так и принятых, в том числе стандартизованных)?

Вспомним, что для оценки пригодности методик калибровки ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3] рекомендует применять следующие способы (или их сочетание):

- а) калибровка с использованием исходных эталонов и стандартных образцов;
- б) сравнение результатов, полученных с помощью других методов;
- в) межлабораторные сравнительные испытания;
- г) систематическое оценивание факторов, оказывающих влияние на результат;
- д) оценивание неопределенности результатов на основе научного осмысления теоретических принципов метода и практического опыта.

Как отмечено в [5], первые три способа являются реализациями сравнительного подхода, а два последних – научного, точнее, аналитического.

Проведем анализ этих способов с точки зрения возможности и целесообразности их применения для оценки пригодности методик калибровки.

Логично предположить, что при формировании своей области аккредитации, т.е. при формировании своих калибровочных возможностей (Calibration and Measurement Capabilities – СМС) калибровочная лаборатория будет использовать лучшие из имеющихся в ее распоряжении эталонов. Следовательно, при высказанном предположении, способ оценки пригодности методик калибровки с использованием исходных эталонов и стандартных образцов (способ а) для калибровочной лаборатории, скорее всего, будет неприменим для оценки пригодности методик калибровки уровня СМС, т.к. некорректно

использовать одни и те же экземпляры эталонов как для реализации методики калибровки, так и для оценивания ее пригодности.

Вместе с тем, способ а) может применяться для оценки пригодности методик калибровки уровня СМС в следующих случаях:

- калибровочная лаборатория имеет несколько филиалов, оснащенных одинаковым оборудованием для реализации одной и той же методики калибровки. Тогда исходные эталоны одного филиала калибровочной лаборатории могут быть использованы для оценки пригодности методики калибровки, реализуемой в другом филиале;
- калибровочная лаборатория использует эталоны сторонних калибровочных лабораторий, для которых установлены приписанные значения с меньшей неопределенностью.

Однако, учитывая, что согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [3] оценка пригодности методики калибровки – это всегда компромисс между затратами, риском и техническими возможностями, следует признать, что способ а) оценки пригодности методик калибровки уровня СМС, основанных на применении исходных для калибровочной лаборатории эталонов, на практике может быть использован крайне редко.

Вместе с тем этот способ может найти широкое применение для оценки пригодности методик калибровки уровня ниже СМС, т.е. тех методик калибровки, в которых не используются исходные эталоны калибровочной лаборатории. Именно в этом случае исходные эталоны калибровочной лаборатории могут быть использованы для оценки пригодности методик калибровки.

Рассуждая по аналогии, можно прийти к заключению, что способ б) также может быть использован в деятельности калибровочной лаборатории для оценки пригодности методик калибровки, преимущественно, уровня ниже СМС. Дело в том, что калибровочная лаборатория обычно обладает небольшим количеством исходных эталонов, которые могут быть использованы для калибровки однотипных средств измерений, а потому калибровочная лаборатория обычно не имеет возможности использовать несколько различных методик калибровки, основанных на применении различных методов и различных исходных эталонов.

Именно поэтому из трех способов сравнительного подхода лишь способ в) оценки пригодности методик калибровки, основанный на участии калибровочной лаборатории в межлабораторных сравнительных испытаниях, может широко применяться при оценке пригодности методик калибровки уровня СМС калибровочной лаборатории. Однако он может применяться для этих целей также не часто, что обусловлено следующими факторами:

- незначительным количеством калибровочных лабораторий, имеющих аналогичные позиции в области аккредитации;
- неприемлемой для оценки пригодности методик калибровки продолжительностью участия в межлабораторных сравнительных испытаниях;
- затратами на организацию и участие в межлабораторных сравнительных испытаниях.

Следует отметить, что для применения в калибровочной лаборатории наиболее доступными способами оценки пригодности методик калибровки уровня СМС являются способы г) и д), основанные на систематическом оценивании факторов, оказывающих влияние на результат, и оценивании неопределенности результатов и практического опыта.

Результаты анализа способов оценки пригодности методик калибровки с точки зрения возможности и целесообразности их применения приведены в таблице.

Таблица

Способы оценки пригодности методик калибровки	Возможность и целесообразность применения для оценки пригодности методик калибровки	
	Уровня СМС	Ниже уровня СМС
а) калибровка с использованием исходных эталонов и стандартных образцов	Применение возможно, но крайне редко, например: – при наличии нескольких филиалов, оснащенных одинаковым оборудованием; – при использовании эталонов сторонних лабораторий и т.п.	Применение целесообразно
б) сравнение результатов, полученных с помощью других методов	Применение возможно, но может быть затратным, а потому оправдано в исключительных случаях	Применение возможно
в) межлабораторные сравнительные испытания	Применение возможно, но ограничено неприемлемой продолжительностью участия в межлабораторных сравнительных испытаниях	Применение нецелесообразно
г) систематическое оценивание факторов, оказывающих влияние на результат	Целесообразно применять при периодической оценке пригодности (при верификации)	Применение нецелесообразно
д) оценивание неопределенности результатов на основе научного осмысления теоретических принципов метода и практического опыта	Целесообразно применять при первичной оценке пригодности (при валидации)	Применение нецелесообразно

Таким образом, при первичной оценке пригодности методик калибровки уровня СМС целесообразно применять способ д) оценивания неопределенности результатов на основе научного осмысления теоретических принципов метода и практического опыта, а для периодической оценки пригодности методик калибровки уровня СМС – способ г) систематического оценивания факторов, оказывающих влияние на результат. В случае же оценки пригодности методик калибровки уровня ниже СМС целесообразно применять способ а) калибровки с использованием исходных эталонов и стандартных образцов.

Рассмотрим примеры проведения оценки пригодности методик калибровки перечисленными выше способами.

Пример 1

Оценка пригодности методики калибровки гирь класса E_2 способом а), т.е. с использованием гирь класса E_1 .

В качестве методики калибровки, подлежащей оценке пригодности, принята методика, изложенная в приложении С ГОСТ OIML R 111-1 [6].

Следует отметить, что при реализации сравнительного подхода (способы а, б, в) методику калибровки признают пригодной, если неопределенность измерений при калибровке не превосходит целевой неопределенности U_T , т.е.

$$U \leq U_T,$$

а смещение (в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043 [7]) не превосходит 1, т.е.

$$E = \frac{|x_{lab} - x_{ref}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \leq 1,$$

где x_{lab} и U_{lab} – значение, полученное в результате калибровки, и расширенная неопределенность измерений при калибровке соответственно; x_{ref} и U_{ref} – значение, приписанное эталону, и расширенная неопределенность значения, приписанного эталону, полученного в референтной лаборатории, соответственно.

Источниками целевой неопределенности U_T могут быть [5]:

- требования заказчика;
- требования, указанные в нормативной или технической документации;
- границы максимально допустимой погрешности (MPE) калибруемого СИ.

В качестве целевой неопределенности калибровочная лаборатория, претендующая на аккредитацию, исходя из имеющихся эталонов и предполагаемых заказчиков, довольно часто использует рекомендации OIML G 19 [8], в соответствии с которыми

$$U_T = f \cdot MPE,$$

где $f = 0,2$ или $f = 0,33$.

Предположим, что при проведении оценки пригодности методики калибровки гирь класса E_2 в результате калибровки гири номинального значения 1 г получено значение $x_{lab}=1,000015$ г с расширенной неопределенностью $U_{lab}=0,009$ мг. При этом в качестве гири, используемой для оценки пригодности методики калибровки гирь класса E_2 , была использована гиря номинального значения 1 г класса E_1 , в сертификате калибровки которой записано значение $x_{ref}=1,000007$ г с расширенной неопределенностью $U_{ref}=0,003$ мг.

Для гири номинального значения 1 г из таблицы 1 ГОСТ OIML R 111-1 [6] следует, что $MPE=0,03$ мг, а в соответствии с формулой (5.2-1) ГОСТ OIML R 111-1 [6] принято $f = 0,33$.

Тогда целевая неопределенность

$$U_T = f \cdot MPE = 0,33 \cdot 0,03 = 0,01 \text{ мг.}$$

Подставляя полученное значение целевой неопределенности в первое неравенство, получим, что оно выполняется:

$$U = 0,009 \text{ мг} \leq U_T = 0,01 \text{ мг.}$$

Второе неравенство также выполняется:

$$E = \frac{|x_{lab} - x_{ref}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} = \frac{|1,000015 - 1,000007|}{\sqrt{0,009^2 + 0,003^2}} = 0,84 \leq 1$$

Таким образом, оба неравенства выполняются. Следовательно, методика пригодна в данной калибровочной лаборатории для проведения калибровки гирь номинального значения 1 г класса E_2 . Аналогичную оценку пригодности необходимо выполнить для всех гирь, указанных в области аккредитации калибровочной лаборатории.

Пример 2

Оценка пригодности методики калибровки однозначных мер сопротивления способом б), т.е. сравнением результатов, полученных с помощью других методов.

Предположим, что проводится оценка пригодности методики калибровки однозначных мер сопротивления методом прямых измерений, выполняемых с помощью

омметра, в качестве которого используется, например, мультиметр цифровой прецизионный Fluke8508A (в показания которого вносятся поправки на основании проведенной калибровки). Также предположим, что при калибровке меры сопротивления номинального значения 1000 Ом получено значение $x_{lab}=1000,003$ Ом с расширенной неопределенностью $U_{lab}=0,004$ Ом.

В качестве альтернативной методики может быть использована методика калибровки однозначных мер сопротивления с помощью компаратора сопротивлений или компаратора напряжений [9]. Предположим, что при калибровке той же меры сопротивления альтернативным методом получено значение $x_{ref}=1000,005$ Ом с расширенной неопределенностью $U_{ref}=0,002$ Ом.

Если установлена целевая неопределенность $U_T = 0,005$ Ом, то в результате проверки неравенств получим:

$$U = 0,004 \text{ Ом} \leq U_T = 0,005 \text{ Ом},$$

$$E = \frac{|x_{lab} - x_{ref}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} = \frac{|1000,003 - 1000,005|}{\sqrt{0,004^2 + 0,002^2}} = 0,45 \leq 1,$$

что они выполняются.

Следовательно, методика калибровки однозначных мер сопротивления номинального значения 1000 Ом методом прямых измерений, выполняемых с помощью мультиметра цифрового прецизионного Fluke8508A (в показания которого вносятся поправки на основании проведенной калибровки) при установленной целевой неопределенности 0,005 Ом.

Пример 3

Оценка пригодности методики калибровки гирь способом д), т.е. оцениванием неопределенности результатов на основе научного осмысления теоретических принципов метода и практического опыта.

Для реализации способа д) необходимо предъявить требования к каждой из составляющих неопределенности измерений при калибровке и проверить соответствие установленным требованиям.

Например, при калибровке гири 1 г класса E_2 целевая неопределенность составляет $U_T = 0,01$ мг (см. пример 1).

Тогда суммарная стандартная неопределенность измерений при калибровке не должна превышать

$$\frac{U_T}{k} = \frac{0,01}{2} = 0,005 \text{ мг},$$

где k – коэффициент охвата, $k = 2$ при вероятности 0,95.

В соответствии с приложением С ГОСТ OIML R 111-1 [6] оценку суммарной стандартной неопределенности условной массы гири $u_c(m_{ct})$ находят по формуле С6.5-1:

$$u_c(m_{ct}) = \sqrt{u_w^2(\Delta m_c) + u^2(m_{cr}) + u_b^2 + u_{ba}^2},$$

где $u_w(\Delta m_c)$ – стандартная неопределенность процесса взвешивания; $u(m_{cr})$ – неопределенность оценки массы эталонной гири; u_b u_b – неопределенность поправки на выталкивающую силу воздуха; u_{ba} – неопределенность компаратора.

Тогда

$$u_w^2(\Delta m_c) + u^2(m_{cr}) + u_b^2 + u_{ba}^2 \leq \left(\frac{U_T}{k}\right)^2 = 0,005^2$$

В качестве требований к стандартной неопределенности оценки массы эталонной гири целесообразно использовать оценку «сверху» [10] в соответствии с формулой (5.2-1) ГОСТ OIML R 111-1 [6], т.е.

$$u(m_{cr}) \leq \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta}{3},$$

где Δ – предел допускаемой абсолютной погрешности гири класса E_1 в мг (из табл. 1 ГОСТ OIML R 111-1 [6]).

Для рассматриваемого примера в качестве эталонной гири выступает гиря номинального значения 1 г с пределом допускаемой погрешности 0,01 мг. Отсюда стандартная неопределенность калибровки эталонной гири не должна превышать

$$u(m_{cr}) \leq \frac{1}{2} \cdot \frac{0,01}{3} = 0,0017 \text{ мг.}$$

Тогда оставшиеся три составляющие должны удовлетворять неравенству:

$$u_w^2(\overline{\Delta m_c}) + u_b^2 + u_{ba}^2 \leq \left(\frac{U_T}{k}\right)^2 - u^2(m_{cr}) = 0,005^2 - 0,0017^2 = 0,00002211 \text{ мг}^2.$$

Если воспользоваться методом равных влияний, то каждая из составляющих не должна превышать одной трети от 0,00002211 мг², т.е.

$$\begin{aligned} u_w^2(\overline{\Delta m_c}) &\leq \frac{1}{3} \cdot 0,00002211 \text{ мг}^2 \text{ или } u_w(\overline{\Delta m_c}) \leq 0,0027 \text{ мг,} \\ u_b^2 &\leq \frac{1}{3} \cdot 0,00002211 \text{ мг}^2 \text{ или } u_b \leq 0,0027 \text{ мг,} \\ u_{ba}^2 &\leq \frac{1}{3} \cdot 0,00002211 \text{ мг}^2 \text{ или } u_{ba} \leq 0,0027 \text{ мг.} \end{aligned}$$

Таким образом, методика калибровки гирь номинального значения 1 г класса E_2 может быть признана пригодной, если будут выполнены указанные выше требования к составляющим неопределенности измерений при калибровке.

Надеюсь, что представленный материал будет полезен читателям журнала.

Список использованных источников

1. Приказ Минэкономразвития России от 30.05.2014 № 326 «Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации»
2. Данилов А.А. Вопросы подготовки калибровочной лаборатории к аккредитации // Главный метролог. – 2017. – № 6 (99). – С. 10-17.
3. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
4. ЕВРАХИМ. Валидация аналитических методик / Пер. с англ. 2-го изд. Под ред. Г.Р. Нежиховского, СПб.: ЦОП «Профессия», 2016. – 312 с.
5. Захаров И. П. Калибровка-17025: справ. пособие, 2-е изд., перераб. и дополн. Санкт-Петербург: Политехника-Принт, 2017. – 68 с.
6. ГОСТ OIML R 111-1-2009 ГСИ. Гири классов E_1 , E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , M_{1-2} , M_2 , M_{2-3} и M_3 . Часть 1. Метрологические и технические требования
7. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации.
8. OIML G 19:2017 (E) The role of measurement uncertainty in conformity assessment decisions in legal metrology
9. Захаров И.П., Волков О.О. Реализация основных этапов калибровки мер электрического сопротивления постоянного тока // Законодательная и прикладная метрология. – 2018. – № 1 (152). – С. ???
10. Данилов А.А., Тюрина Ю.Г. Примеры оценки калибровочных и измерительных возможностей калибровочной лаборатории // Законодательная и прикладная метрология. – 2017. – № 5 (150). – С. 31-35.